

**Emisi gas buang – Sumber tidak bergerak –
Bagian 5: Cara uji oksida-oksida nitrogen
dengan metoda *Phenol Disulphonic Acid* (PDS)
menggunakan spektrofotometer**



© BSN 2005

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Cara uji	2
4.1 Prinsip.....	2
4.2 Bahan	2
4.3 Peralatan	3
4.4 Pengambilan contoh uji	4
4.5 Persiapan pengujian	5
4.6 Pengujian contoh uji	6
4.7 Perhitungan	6
5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	7
5.1 Jaminan mutu	7
5.2 Pengendalian mutu.....	7
Lampiran A Tabel tekanan uap air jenuh.....	9
Lampiran B Pelaporan	10
Bibliografi	11

Prakata

SNI Emisi gas buang – Sumber tidak bergerak – Bagian 5: Cara uji oksida-oksida nitrogen dengan metoda Phenol Disulphonic Acid (PDS) menggunakan spektrofotometer ini dirumuskan dan diuji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi metode serta telah dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis Parameter Uji Kualitas Udara dari Panitia Teknis Sistem Manajemen Lingkungan (Panitia Teknis 207S).

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 5 – 6 Agustus 2004 di Jakarta.



**Emisi gas buang – Sumber tidak bergerak –
Bagian 5: Cara uji oksida-oksida nitrogen dengan metoda
Phenol Disulphonic Acid (PDS) menggunakan spektrofotometer**

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk cara uji oksida-oksida nitrogen dalam emisi gas buang sumber tidak bergerak menggunakan metoda *Phenol Disulphonic Acid* (PDS).

Lingkup pengujian meliputi:

- Cara pengambilan contoh uji gas oksida-oksida nitrogen (NO_x) dengan larutan penjerap menggunakan labu vakum.
- Cara uji oksida-oksida nitrogen NO_x (kecuali N_2O) dalam emisi gas buang sumber tidak bergerak menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 400 nm.
- Cara uji oksida-oksida nitrogen (NO_x) sebagai nitrogen dioksida (NO_2) pada kisaran konsentrasi 10 ppm sampai 300 ppm ($18 \text{ mg/Nm}^3 - 540 \text{ mg/Nm}^3$) dengan jumlah volum contoh uji yang diambil sebanyak 800 mL sampai 1000 mL.

2 Acuan normatif

JIS K 0104-2000, *Methods for determination of oxides of nitrogen in flue gases*.

3 Istilah dan definisi

3.1 emisi

zat, energi, dan atau komponen lain yang dihasilkan dari kegiatan yang masuk atau dimasukkan ke udara ambien

3.2

oksida –oksida nitrogen (NO_x)

senyawa oksida-oksida nitrogen (NO_x) yang terdiri dari gas NO dan NO_2 yang dihasilkan dari proses pembakaran dan proses oksidasi nitrogen yang diemisikan dari sumber tidak bergerak

3.3

mg/Nm^3

satuan ini dibaca sebagai miligram per normal meter kubik, notasi N menunjukkan satuan volum hisap udara kering dikoreksi pada kondisi normal (temperatur 25°C , 760 mmHg)

3.4

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan antara konsentrasi larutan standar dengan hasil pembacaan serapan dan merupakan suatu garis lurus

3.5

larutan penjerap

larutan yang dapat menyerap analat

3.6

larutan induk

larutan standar konsentrasi tinggi yang digunakan untuk membuat larutan standar konsentrasi lebih rendah

3.7

larutan standar

larutan dengan konsentrasi yang telah diketahui untuk digunakan sebagai pembanding di dalam pengujian

3.8

blanko laboratorium

larutan penjerap yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama preparasi dan penentuan contoh uji di laboratorium

3.9

blanko lapangan

larutan penjerap yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama pengambilan contoh uji

3.10

pengendalian mutu

kegiatan yang bertujuan untuk memantau kesalahan analisis, baik berupa kesalahan metoda, kesalahan manusia, kontaminasi, maupun kesalahan pengambilan contoh uji dan perjalanan ke laboratorium

4 Cara uji

4.1 Prinsip

Pengambilan contoh uji oksida-oksida nitrogen (NO_x) dilakukan dengan cara dihisap ke dalam labu vakum yang berisi larutan penjerap. Volum gas yang dihisap sama dengan volum labu vakum dan dikoreksi pada kondisi tekanan dan temperatur sebelum pengukuran dan setelah pengukuran. Hasil reaksi antara oksida-oksida nitrogen (NO_x) dan larutan penjerap dianalisis dengan metoda PDS menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 400 nm.

4.2 Bahan

4.2.1 Larutan penjerap

- ambil air suling sebanyak kurang lebih 400 mL, masukkan ke dalam gelas piala 500 mL;
- tambahkan 50 mL asam sulfat (1+17) lalu homogenkan;
- pindahkan larutan tersebut ke dalam labu ukur 1000 mL;
- tambahkan 10 mL H_2O_2 30% dan tambahkan air suling sampai tanda tera, lalu homogenkan;
- tempatkan larutan ini pada botol berwarna gelap, simpan pada lemari pendingin.

CATATAN Larutan penjerap hanya dapat bertahan selama seminggu.

4.2.2 Larutan *Phenol Disulphonic Acid* (PDS)

- larutkan 25 g phenol ke dalam gelas piala 500 mL yang berisi 150 mL H_2SO_4 pekat lalu panaskan di penangas air hingga fenol larut;

- b) diamkan sampai suhu kamar, dinginkan dan tambahkan 75 mL H_2SO_4 berasap atau *fuming* (konsentrasi SO_3 32%) secara hati-hati dan panaskan di atas penangas air selama 2 jam;
- c) diamkan sampai suhu kamar dan simpan di dalam botol berwarna coklat.

CATATAN Lakukan pembuatan pereaksi PDS di ruang asam.

4.2.3 Larutan induk nitrat (NO_3^-) 100 μL

- a) keringkan KNO_3 dalam oven pada suhu $105^\circ\text{C} - 110^\circ\text{C}$ selama 2 jam. Masukkan KNO_3 yang telah kering dalam desikator;
- b) timbang 0,451 g KNO_3 , larutkan dengan air suling ke dalam gelas piala;
- c) pindahkan larutan ke dalam labu ukur 1000 mL dan tambahkan air suling sampai tanda tera, lalu homogenkan.

4.2.4 Larutan standar nitrat (NO_3^-) 10 μL

Pipet 10 mL larutan induk nitrat, masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan tambahkan air suling sampai tanda tera, lalu homogenkan.

CATATAN Konsentrasi setiap 1 mL larutan standar sebanding dengan 10 μL NO_2 .

4.2.5 Larutan natrium hidroksida (NaOH) 25% (b/v)

- a) masukkan 25 g NaOH ke dalam gelas piala 100 mL;
- b) larutkan dengan 50 mL air suling yang diletakkan pada wadah berisi air es, kemudian homogenkan;
- c) pindahkan larutan tersebut ke dalam labu ukur 100 mL dan tambahkan air suling sampai tanda tera, lalu homogenkan.

4.2.6 Larutan kalium hidroksida (KOH) 5,6% (b/v)

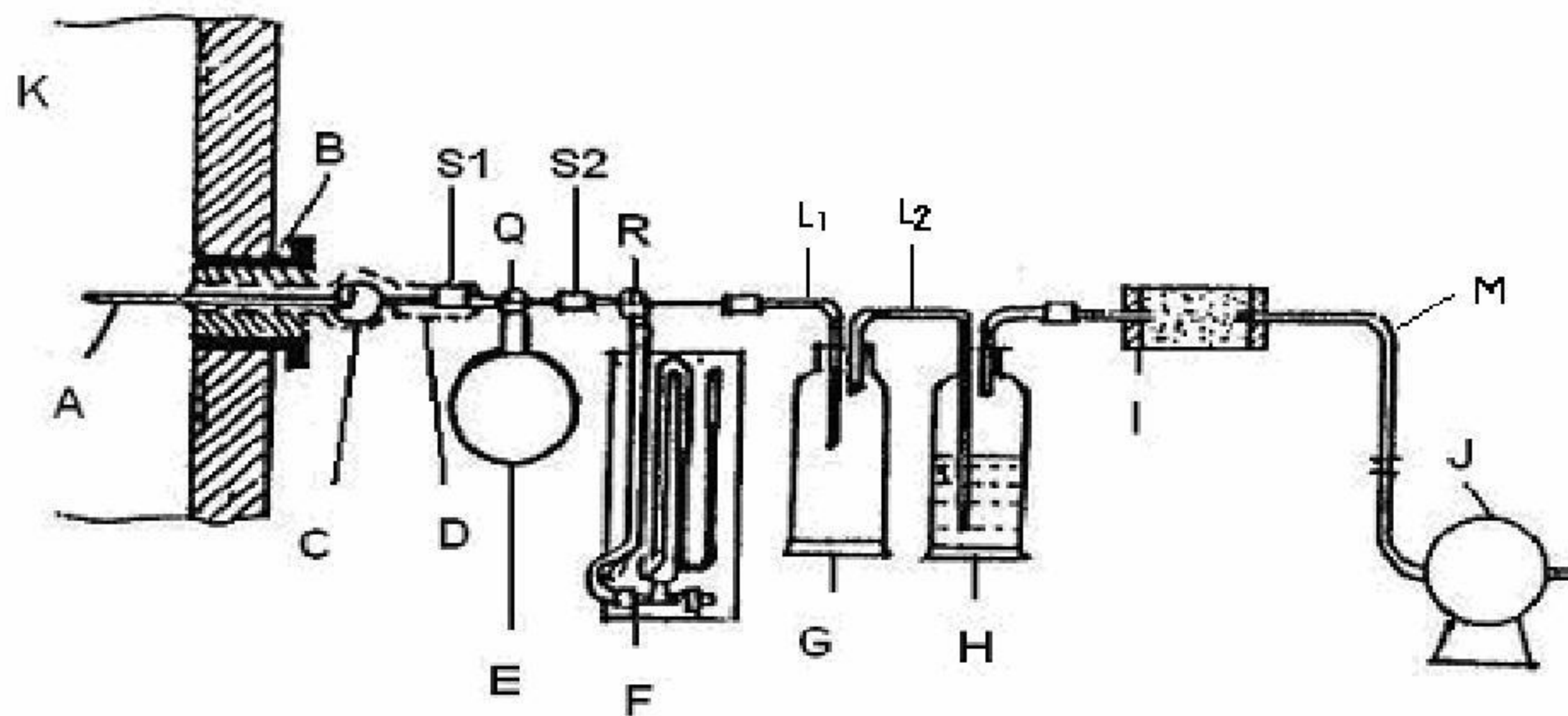
- a) masukkan 5,6 g KOH ke dalam gelas piala 100 mL;
- b) larutkan dengan 50 mL air suling, homogenkan;
- c) pindahkan larutan tersebut ke dalam labu ukur 100 mL dan tambahkan air suling sampai tanda tera, lalu homogenkan.

4.2.7 Kertas lakmus

4.2.8 Larutan asam sulfat (H_2SO_4) 95%-97%

4.3 Peralatan

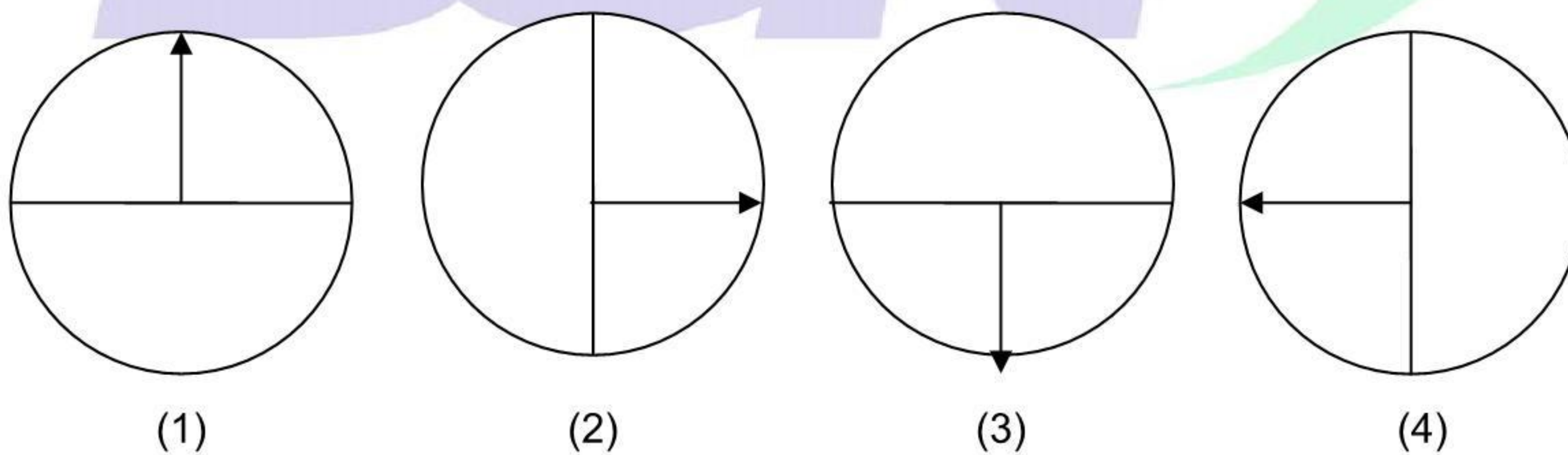
- a) peralatan pengambilan gas NO_x seperti gambar 1;
- b) labu pengambil contoh gas (labu vakum);
- c) spektrofotometer UV-Vis;
- d) cawan penguap porselen;
- e) batang pengaduk;
- f) labu ukur 50 mL; 100 mL dan 1000 mL;
- g) gelas piala 100 mL dan 500 mL;
- h) timbangan analitik dengan ketelitian 4 desimal;
- i) kaca arloji;
- j) desikator;
- k) pipet volumetrik 1 mL; 5 mL; 10 mL; 15 mL; 20 mL dan 25 mL;
- l) pipet tetes; dan
- m) karet penghisap.



Keterangan gambar:

- | | |
|--|----------------------------------|
| A adalah pipa contoh uji gas stainless; | I adalah silika gel; |
| B adalah <i>isolator</i> panas; | J adalah pompa hisap; |
| C adalah <i>glass wool</i> ; | K adalah penampang cerobong; |
| D adalah pemanas ($t > 120^{\circ}\text{C}$); | Q dan R adalah kran cabang tiga; |
| E adalah labu vakum contoh uji gas; | S1 dan S2 adalah selang silikon; |
| F adalah manometer Hg-tertutup; | L1 dan L2 adalah pipa gelas; dan |
| G adalah botol kosong (untuk mencegah aliran balik); | M adalah selang karet. |
| H adalah botol pencuci berisi NaOH 4%; | |

Gambar 1 Rangkaian peralatan pengambil contoh uji NO_x



Keterangan gambar:

- Posisi 1 : Posisi normal aliran gas ke arah pompa atau sebaliknya;
 Posisi 2 : Posisi terjadi proses pengurangan tekanan dalam labu vakum oleh pompa ;
 Posisi 3 : Posisi pengukuran tekanan sebelum dan sesudah pengambilan contoh;
 Posisi 4 : Posisi pengambilan contoh supaya mengalir dari cerobong ke labu vakum.

Gambar 2 Posisi kran cabang tiga pada labu vakum

4.4 Pengambilan contoh uji

4.4.1 Persiapan peralatan

Rangkai peralatan pengambil contoh uji seperti Gambar 1.

4.4.2 Pengisian larutan penjerap

- lepaskan kran cabang tiga (Q) dari labu pengambil contoh (E) sesuai Gambar 1;
- masukkan 20 mL larutan penjerap ke dalam labu pengambil contoh (E) dengan menggunakan pipet volum, kemudian tutup lagi dengan kran cabang tiga yang telah diberi *silicon grease*.

4.4.3 Pengurangan tekanan

- hubungkan labu (E) yang berisi larutan penjerap ke rangkaian sesuai Gambar 1;
- putar kran (Q) dan (R) pada posisi no. (1), hidupkan pompa;
- putar kran (Q) pada posisi no. (2) dan kran (R) pada posisi no (1);
- kurangi tekanan dalam labu (E) sampai larutan penjerap mengeluarkan gelembung-gelembung;
- putar kran (Q) pada posisi no. (1) dan matikan pompa vakum.

4.4.4 Pembilasan rangkaian peralatan pengambilan contoh uji gas

- hubungkan labu (E) seperti pada gambar 1;
- putar kran (R) pada posisi no (3) dan kran (Q) masih berada pada posisi no. (1);
- hisap gas buang untuk membilas seluruh rangkaian pipa peralatan pengambilan contoh uji dengan menghidupkan pompa vakum (J) selama 5 menit.

4.4.5 Pengukuran tekanan dan temperatur sebelum pengambilan gas buang

- sebelum pengambilan gas buang, putar kran (R) pada posisi no (4), kemudian putar kran (Q) pada posisi no.(2);
- catat tekanan vakum (P_i) dalam labu (E) menggunakan manometer tertutup (F). Pada waktu yang bersamaan catat temperatur ruang (t_i).

4.4.6 Pengambilan gas

- putar kran (Q) pada posisi no (4) untuk pengambilan gas, diamkan selama 10 detik, putar kran (Q) pada posisi no.(1);
- lepaskan labu (E) dari rangkaian pengambil contoh gas dan kocok selama 1 menit;
- simpan labu di dalam kotak yang aman.

4.4.7 Pengukuran tekanan dan temperatur sesudah pengambilan contoh uji gas

- diamkan labu (E) sampai mencapai temperatur kamar selama 16 jam atau lebih;
- kocok labu (E) lalu hubungkan kran (Q) dengan manometer Hg terbuka;
- putar kran (Q) pada posisi no. (2) dan baca tekanan (P_f) dalam labu (E) menggunakan manometer;
- putar kran (Q) pada posisi no.(1). Pada waktu yang sama ukur dan catat tekanan atmosfer (P_a) dan temperatur ruang (t_f).

4.5 Persiapan pengujian

4.5.1 Pembuatan kurva kalibrasi

- pipet 0 mL; 5 mL; 10 mL; 15 mL; 20 mL; dan 25 mL larutan standar NO_3^- pada beberapa cawan penguap. Larutan ini masing-masing mengandung 0 μL ; 50 μL ; 100 μL ; 150 μL ; 200 μL dan 250 μL NO_2 ;
- tambahkan 20 mL larutan penjerap ke dalam masing-masing cawan penguap;

- c) tambahkan larutan KOH 5,6% (b/v) tetes demi tetes ke dalam cawan penguap sampai bersifat basa, uji dengan kertas lakmus;
- d) uapkan di atas penangas air sampai kering dan membentuk kristal;
- e) diamkan sampai suhu kamar tambahkan 2 mL larutan PDS kemudian aduk dengan batang pengaduk sampai seluruh kristal larut;
- f) tambahkan 1 mL air suling dan 4 tetes H_2SO_4 p, lalu panaskan pada penangas air selama 3 menit sambil diaduk;
- g) diamkan sampai suhu kamar, kemudian tambahkan 10 mL air suling dan aduk dengan baik;
- h) masukkan 15 mL NaOH 25 % (b/v) ke dalam cawan penguap;
- i) saring larutan dengan kertas saring dan tampung filtrat dalam labu ukur 100 mL berwarna coklat;
- j) bilas cawan penguap dengan sedikit air suling dan ulangi pembilasan beberapa kali.
- k) masukkan cairan pembilas ini ke dalam labu ukur dan tambahkan air suling sampai tanda tera;
- l) masukkan sebagian larutan ini ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer;
- m) baca dan catat serapan pada panjang gelombang 400 nm;
- n) buat kurva kalibrasi antara serapan dengan jumlah ion NO_3^- (μL).

CATATAN Lakukan langkah pada butir c sampai f di dalam ruang asam.

4.6 Pengujian contoh uji

- a) pindahkan contoh uji yang telah diambil ke cawan penguap, bilas labu dengan sedikit air suling;
- b) tambahkan bilasan ke dalam cawan penguap, ulangi pembilasan sampai tiga kali;
- c) lakukan langkah-langkah sesuai pada 4.5.1 butir c) sampai m).

4.7 Perhitungan

4.7.1 Koreksi volum hisap yang diambil

Volum contoh uji gas yang diambil, dihitung sebagai berikut:

$$V_s = (V - 20) \times \frac{298}{760} \times \left(\frac{P_f - P_{nf}}{273 + t_f} - \frac{P_i - P_{ni}}{273 + t_i} \right)$$

dengan pengertian:

- V_s adalah volum gas yang diambil (mL);
 V adalah volum labu vakum atau labu E (mL);
 P_f adalah tekanan dalam labu sesudah pengambilan contoh (mmHg);
 P_{nf} adalah tekanan uap jenuh diukur pada $t_f^\circ\text{C}$, lihat Lampiran A (mmHg);
 P_i adalah tekanan vakum dalam botol sebelum pengambilan contoh uji (mmHg);
 P_{ni} adalah tekanan uap jenuh pada $t_i^\circ\text{C}$ (mmHg);
 t_i adalah temperatur ketika P_i diukur sebelum pengambilan contoh uji ($^\circ\text{C}$);
 t_f adalah temperatur ketika P_f diukur sesudah pengambilan contoh uji ($^\circ\text{C}$);
273 adalah konversi temperatur 0°C kedalam derajat Kelvin;
298 adalah konversi temperatur 25°C kedalam derajat Kelvin;
760 adalah tekanan udara pada kondisi normal.

4.7.2 Konsentrasi oksida-oksida nitrogen (NO_x)

$$C = \frac{V}{V_s} \times 1000$$

dengan pengertian:

- C adalah konsentrasi oksida-oksida nitrogen (ppm);
 V adalah jumlah NO_2 yang diperoleh dengan bantuan kurva kalibrasi (μL);
 V_s adalah volum contoh uji gas dikoreksi pada kondisi 25°C , 760 mmHg (mL);
 1000 adalah konversi dari mL ke L.

4.7.3 Konversi konsentrasi oksida-oksida nitrogen (NO_x) sebagai NO_2 dalam emisi gas buang sumber tidak bergerak

Apabila konsentrasi oksida nitrogen (NO_x) sebagai NO_2 dalam emisi gas buang sumber tidak bergerak akan dihitung dalam satuan mg/Nm^3 , maka nilai ppm dari hasil nilai perhitungan diubah dengan rumus sebagai berikut:

$$C_N = C \times \frac{46}{24,45}$$

dengan pengertian:

- C_N adalah konsentrasi NO_2 dalam mg/Nm^3 ;
 C adalah konsentrasi NO_2 dalam ppm;
 46 adalah berat molekul NO_2 ;
 24,45 adalah volum gas (L) dikoreksi pada kondisi normal 25°C , 760 mmHg.

5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

5.1 Jaminan mutu

- Gunakan bahan kimia berkualitas p.a.
- Gunakan alat gelas yang terkalibrasi dan bebas kontaminasi.
- Gunakan gas meter, termometer dan alat spektrofotometer yang terkalibrasi.
- Posisi pengukuran berada pada posisi yang mewakili yaitu pada aliran yang homogen dan terhindar dari kemungkinan pengembunan, jarak antara lubang pengambilan contoh uji dengan botol penjerap sedekat mungkin.
- Pipa pengambilan contoh uji sebaiknya terbuat dari bahan yang tahan terhadap gas korosif yang terdapat dalam aliran gas (contohnya gas H_2S dan gas Cl_2).
- Sumbat ujung pipa dengan filter *glass wool* untuk menghindari bercampurnya partikulat (debu) yang terdapat dalam aliran gas dengan contoh uji gas.

5.2 Pengendalian mutu

5.2.1 Uji blanko

- Uji blanko laboratorium

Menggunakan larutan penjerap sebagai contoh uji (blanko) dan dikerjakan sesuai dengan penentuan contoh uji untuk mengetahui kontaminasi, baik terhadap pereaksi yang digunakan maupun terhadap tahap-tahap selama penentuan di laboratorium.

SNI 19-7117.5-2005

b) Uji blanko lapangan

Menggunakan larutan penjerap sebagai contoh uji (blanko) dan dikerjakan sesuai dengan penentuan contoh uji untuk mengetahui kontaminasi, baik terhadap pereaksi yang digunakan maupun terhadap tahap-tahap selama penentuan di lapangan.

5.2.2 Linearitas kurva kalibrasi

Koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,998 (atau sesuai dengan kemampuan laboratorium yang bersangkutan) dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.

CATATAN Jaminan mutu dan pengendalian mutu diberlakukan sesuai dengan kebijaksanaan laboratorium yang bersangkutan.



Lampiran A

(normatif)

Tabel tekanan uap air jenuh

Tabel A.1 Tekanan Uap Air Jenuh (mmHg)

Suhu (°C)	Pv		ρ etanol	Suhu (°C)	Pv		ρ etanol
	0	5			0	5	
0	4,6	4,8	0,809				
1	4,9	5,1	0,808	31	33,7	34,7	0,782
2	5,3	5,5	0,807	32	35,7	36,7	0,781
3	5,7	5,9	0,806	33	37,7	38,8	0,781
4	6,1	6,3	0,805	34	39,9	41,0	0,780
5	6,5	6,8	0,804	35	42,2	43,4	0,779
6	7,0	7,3	0,804	36	44,6	45,8	0,778
7	7,5	7,8	0,803	37	47,1	48,4	0,777
8	8,0	8,3	0,802	38	49,7	51,1	0,776
9	8,6	8,9	0,801	39	52,5	53,9	0,775
10	9,2	9,5	0,800	40	55,3	56,8	0,775
11	9,8	10,2	0,799	41	58,4	59,9	0,774
12	10,5	10,9	0,798	42	61,5	63,1	0,774
13	11,2	11,6	0,798	43	64,8	66,5	0,772
14	12,0	12,4	0,797	44	68,3	70,1	0,771
15	12,8	13,2	0,796	45	71,9	73,7	0,770
16	13,6	14,1	0,795	46	75,7	77,6	0,770
17	14,5	15,0	0,794	47	79,6	81,6	0,769
18	15,5	16,0	0,793	48	83,7	85,8	0,768
19	16,5	17,0	0,792	49	88,0	90,2	0,767
20	17,5	18,1	0,792	50	92,5	94,8	0,766
21	18,7	19,2	0,791	51	97,2	99,6	0,765
22	19,8	20,4	0,790	52	102,1	104,6	0,764
23	21,1	21,7	0,789	53	107,2	109,8	0,764
24	22,4	23,1	0,788	54	112,5	115,2	0,763
25	23,8	24,5	0,787	55	118,0	120,9	0,762
26	25,2	26,0	0,787	56	123,8	126,7	0,761
27	26,7	27,5	0,786	57	120,8	132,9	0,76
28	28,4	29,2	0,785	58	136,0	139,2	0,759
29	30,1	30,9	0,784	59	142,5	145,9	0,758
30	31,8	32,8	0,783	60	149,3	152,8	0,758

Sumber : *Steam Table from Perry's Chemical Engineering Handbook. 1986*

CATATAN Tabel ini digunakan untuk mencari nilai P_f , P_{nf} , P_i dan P_{ni} yang disimbolkan dalam tabel ini sebagai P_v .

Lampiran B
(normatif)
Pelaporan

Catat minimal hal-hal sebagai berikut pada lembar kerja:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Batas deteksi.
- 5) Rekaman kurva kalibrasi.
- 6) Data pengambilan contoh uji.
- 7) Data proses .
- 8) Hasil pengukuran blanko.
- 9) Hasil pengukuran contoh uji.
- 10) Kadar NO₂ dalam contoh uji.



Bibliografi

Kep-205/BAPEDAL/07/1996 tentang Pedoman Teknis Pengendalian Pencemaran Udara Sumber Tidak Bergerak. BAPEDAL

Perry. 1986. Chemical Engineering Handbook. Mc Graw - Hill. USA.













BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id